

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-171981

(43) 公開日 平成11年(1999) 6月29日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

識別記号

P I

C 0 8 G 59/70

C 0 8 G 59/70

59/50

59/50

59/62

59/62

C 0 8 L 63/00

C 0 8 L 63/00

B

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号

特願平9-340126

(22) 出願日

平成9年(1997)12月10日

(71) 出願人 000002141

住友ベークライト株式会社

東京都品川区東品川2丁目5番8号

(72) 発明者 三宅 澄也

東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友

ベークライト株式会社内

(72) 発明者 郷 達幸

東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友

ベークライト株式会社内

(72) 発明者 永田 寛

東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友

ベークライト株式会社内

最終頁に続く

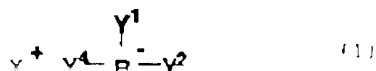
(54) [発明の名称] 樹脂組成物

(57) [要約]

【課題】 硬化性に優れていて短時間の成形でも十分に硬化させることができ、また、常温付近での保存安定性にも優れ、保存性と硬化性を両立させた、高気、電子材料として有用な樹脂組成物を提供する。

【解決手段】 エポキシ樹脂(A)、硬化剤(B)、および潜伏性触媒として一般式(1)で表されるような特定構造のオニウムボレート(C)を必須成分とする。

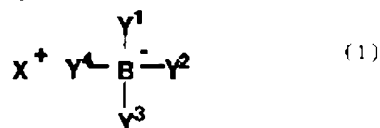
【化1】



【特許請求の範囲】

【請求項1】 エポキシ樹脂（A）、硬化剤（B）、および一般式（1）で表されるオニウムボレート（C）を、必須成分とすることを特徴とする樹脂組成物。

【化】11



式中  $X'$  は、中心陽イオンか窒素陽イオンであるオニウムを表す。また、 $Y_1$ 、 $Y_2$ 、 $Y_3$ 、および  $Y_4$  の内の少なくとも1つは、分子外に放出し得るプロトンを少なくとも1個有するプロトン供与体が、プロトンを1個放出してなる基であり、それらは同一であっても異なってもよい。前記プロトン供与体以外の基は、芳香環もしくは複素環を有する有機基、または脂肪族基を表す。

【請求項2】 エポキシ樹脂（A） 硬化剤（B）、および一般式（2）で表されるオニウムボレート（C）を、必須成分とすることを特徴とする樹脂組成物。

【化2】



式中  $X^{\cdot}$  は、中心陽イオンが窒素陽イオンであるオニウムを表す。また、ホウ素アニオンは、プロトンを放出し得る官能基  $Y_1$ 、 $Y_2$  を分子内に有するプロトン供与体、およびプロトンを放出し得る官能基  $Y_3$ 、 $Y_4$  を分子内に有するプロトン供与体が、各々プロトンを放出してホウ素と環を形成している。

【請求項 3】 エポキシ樹脂 (A)、硬化剤 (B)、および一般式 (3) で表されるオニウムホレート (C) を必須成分とすることと特徴とする樹脂組成物。

【比3】



式中、 $X^+$ は、中心陽イオンが窒素陽イオンであるオニウムを表す。また、 $Y$ 、および $Y_1$ 、の内の少なくとも1

なお、この分析から、この高分子材料中には、不飽和炭素原子を有する有機基または脂肪族基を有する。もう一方の、コロイドを抽出し得る官能基として、分子内に不飽和炭素原子と結合した、コロイドを抽出し得る官能基を有する。

[illegible]

よびオニウムボレート (C) を必須成分とする樹脂組成物であって、該オニウムボレート (C) は、窒素陽イオンを中心陽イオンとするオニウムカチオンと、ホウ素を中心イオンとするアニオンとからなり、ホウ素の4つの結合手Mの内の少なくとも1つは、分子外に放出し得るプロトンをもつ2個以上有するプロトン供与体が、プロトンを2個以上放出してなる基の結合手Nの内の少なくとも1つと反応し、残りの結合手Nは他のオニウムとイオン対を形成しているホウ素と反応して、オニウムボレートが分子間結合を形成しており、分子間結合に寄与していないホウ素の残りの結合手Mには、分子外に放出し得るプロトンを少なくとも1個有するプロトン供与体がプロトンを1個放出してなる基、または芳香環もしくは複素環を有する有機基、または脂肪族基が結合してなることを特徴とする樹脂組成物。

【論本項5】 1分子内に2個のエポキシ基を有するエポキシ樹脂、及び/またはエポキシ当量が240以上であるエポキシ樹脂が、エポキシ樹脂(A)の50重量%以上を占めることを特徴とする。請求項1乃至請求項4のいずれかに記載の樹脂組成物。

【請求項6】 硬化剤(B)が、1分子内に2個以上のフェノール性水酸基を有する化合物であることを特徴とする。請求項1乃至請求項4のいずれかに記載の樹脂組成物。

【請求項7】 硬化剤(B)が、アミン系化合物であることを特徴とする、請求項1乃至請求項4のいずれかに記載の樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、硬化性および保存性が良好で、電気、電子材料として有用な樹脂組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】電気、電子材料、特に半導体封止や銅張り積層板用に用いられる材料は、近年、その生産効率の向上を目的にますます速硬化性が求められ、その一方では、物流、保管時には保存性の向上を要求されている。

【0003】これまでもその要求に対して、エポキシ樹脂の硬化促進剤（以下「触媒」と言う）として、様々なアミン系潜伏性触媒の使用が提案されてきた。すなわち、イミダゾールや3級アミンの有機塩塩、4級アンモニウム塩、有機ホスフィン化合物、1級アミンと有機酸

結果、本発明の蓄電池は、従来技術の蓄電池に比べて、  
 ① 対して、本発明蓄電池の薄型化の結果は、従来の蓄電池よりも、  
 ② 蓄電容量の増大に比べて、本発明は保存性と腐  
 ③ 化性の両方に優れ、特に低官能性、低粘度モノキサン樹脂  
 ④ の使用により、特に、  
 ⑤ 結果に顕著にあらわれる。

(3)

特開平11-171981

3

4

【0004】

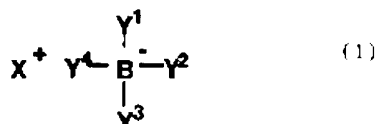
【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような問題点を解決するべく鋭意検討した結果なされたもので、保存性と硬化性を両立させた、電気、電子材料として有用な樹脂組成物を提供することを目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】即ち本発明は、エポキシ樹脂(A)、硬化剤(B)、およびオニウムボレート(C)を必須成分とする樹脂組成物であり、該オニウムボレート(C)が、一般式(1)、一般式(2)、もしくは一般式(3)で表されるものであることを特徴とする樹脂組成物である。

【0006】

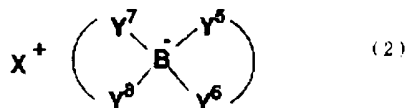
【化1】



式中、X<sup>+</sup>は、中心陽イオンが窒素陽イオンであるオニウムを表す。また、Y<sup>1</sup>、Y<sup>2</sup>、Y<sup>3</sup>、およびY<sup>4</sup>の内の少なくとも1つは、分子外に放出し得るプロトンを少なくとも1個有するプロトン供与体が、プロトンを1個放出してなる基であり、それらは同一であっても異なっても良い。前記プロトン供与体以外の基は、芳香環もしくは複素環を有する有機基、または脂肪族基を表す。

【0007】

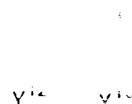
【化2】



式中、X<sup>+</sup>は、中心陽イオンが窒素陽イオンであるオニウムを表す。また、ホウ素アニオンは、プロトンを放出し得る官能基Y<sup>5</sup>、Y<sup>6</sup>を分子内に有するプロトン供与体、およびプロトンを放出し得る官能基Y<sup>7</sup>、Y<sup>8</sup>を分子内に有するプロトン供与体が、各々プロトンを放出してホウ素と環を形成している。

【0008】

【化3】



式中、X<sup>+</sup>は、中心陽イオンが窒素陽イオンであるオニウムを表す。また、Y<sup>9</sup>、およびY<sup>10</sup>の内の少なくとも1つは、分子外に放出し得るプロトンを少なくとも1個有するプロトン供与体が、プロトンを1個放出してなる基であり、Y<sup>11</sup>、Y<sup>12</sup>は、芳香環もしくは複素環を有する有機基、または脂肪族基を表す。

Y<sup>9</sup>、およびY<sup>10</sup>の内のプロトン供与体以外の基は、芳香環もしくは複素環を有する有機基または脂肪族基を表す。もう一方の、プロトンを放出し得る官能基Y<sup>11</sup>、Y<sup>12</sup>を分子内に有するプロトン供与体は、プロトンを放出してホウ素と環を形成している。

【0009】またさらに、エポキシ樹脂(A)、硬化剤(B)、およびオニウムボレート(C)を必須成分とする樹脂組成物であって、該オニウムボレート(C)は、窒素陽イオンを中心陽イオンとするオニウムカチオンと、ホウ素を中心イオンとするアニオンとからなり、ホウ素の4つの結合手Mの内の少なくとも1つは、分子外に放出し得るプロトンを2個以上有するプロトン供与体が、プロトンを2個以上放出してなる基の結合手Nの内の少なくとも1つと反応し、残りの結合手Mは他のオニウムとイオン対を形成しているホウ素と反応して、オニウムボレートが分子間結合を形成しており、分子間結合に寄与していないホウ素の残りの結合手Mには、分子外に放出し得るプロトンを少なくとも1個有するプロトン供与体がプロトンを1個放出してなる基、または芳香環もしくは複素環を有する有機基、または脂肪族基が結合してなることを特徴とする樹脂組成物である。

【0010】

【発明の実施の形態】本発明において用いられるエポキシ樹脂(A)は、半導体封止材料や銅張り積層板の分野で使用される。当業者に公知のものであればなんら制限はなく、例えば、ヒフェニル型エポキシ樹脂、ノボラック型エポキシ樹脂、ビスフェノール型エポキシ樹脂、ナフタレン型エポキシ樹脂などのフェノール樹脂や、ナフトール類などの水酸基にエピクロヒドリンを反応させて製造するエポキシ樹脂、ジシクロペンタジエンとフェノール類の共縮合物をエポキシ化したもの、脂環式エポキシ樹脂のようにシレフィンを過酸を用いて酸化させエポキシ化したものも含まれるが、特に、1分子内に2個のエポキシ基を有するエポキシ樹脂、及びまたはエポキシ当量が240以上のエポキシ樹脂など、比較的低官能、低核体のエポキシ樹脂において、その良好な硬化性、保存性を発揮するので好ましい。

【0011】本発明において用いられる硬化剤(B)としては、フェノール系樹脂、アミン系化合物、醇水、活性エステルなどが有効であるが、特にこれらに限定されるものではなく、エポキシ樹脂と反応し得るあらゆる物質が適用でき、かつ、分子内に2個以上の

エポキシ基を有するエポキシ樹脂、及びまたはエポキシ当量が240以上のエポキシ樹脂など、比較的低官能、低核体のエポキシ樹脂において、その良好な硬化性、保存性を発揮するので好ましい。

6

素と環を形成するならば何ら制限はない。環の形成の容易さや安定性の点から、カテコール 隣接位に水酸基があるヒドロキシンナフトレン、ヒドロキシ安息香酸、ヒドロキシナフトエ酸などが例示されるが、2,2'-メチレンビス4-メチルフェノールなども環を形成するならば、本発明の技術的範囲に含まれる。

〔0016〕また、これらの分子内に2個以上のプロトン供与基を有するプロトン供与体は、異なる2個以上の酸素原子と結合すれば、オニウムボレーートの分子間結合を形成する。

【0017】本発明において、オニウムホレート(C)が、エポキシ樹脂組成物に優れた硬化性と保存性を与える理由の、詳細は明らかでないが、エポキシが開環した際の酸素アニオンに、カウンターイオンとして対をなすオニウムホレート(C)を構成するカチオンX<sup>+</sup>の構造、および硬化の開始に影響を及ぼすアニオン側のホレートの役割がある特定構造の場合に、さわめて良好な性能を発揮するのであると推察される。また、本発明の検討過程で、エポキシ樹脂が比較的低官能のエポキシ樹脂、例えば2官能のエポキシ樹脂やエポキシ当量か240以上のエポキシ樹脂において、従来の3級アミンや3級ホスフィンに比べて、特に硬化性が優れていることが判明した。これは、3級アミンや3級ホスフィンの場合、硬化過程でエポキシに何らかの副反応が起こるため、低官能のエポキシ樹脂では、その副反応の影響が大きいのではないかと考えられる。

【００１８】また、本発明の樹脂組成物は、半導体封止材料など成形材料に通常用いられる無機充填剤や、離型剤、カップリング剤、顔料、他の硬化促進剤などを必要に応じて配合し、混摺工程を経て成形材料を調製し、あるいは、樹脂組成物を溶剤に溶解してワニス化した後、積層板の作製に通常用いられるガラスクロスなどに含浸塗布し、乾燥工程を経て得られたプリプレグを用いて、銅箔を重ね合わせてプレス成形し、積層板を作製するために、使用することもある。

【0019】  
【実施例】以下に実施例を挙げて、本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれによって何ら限定されるものではない。

【0020】（実施例１～８、および比較例１～４）成形材料を調製し、特性評価のため、加熱成形直後の熱時

(3) 式(4)より、上式で示した通りである。

【20021】 八二一—九年度  
 1. 以下各(4)に準ずる取水設備作製型を用いて、  
 2. 以下各(4)に準ずる取水設備を、即座に取組むこと  
 3. 同2、同3、同4、同5、同6、同7、同8、同9、同10、同11、同12、同13、同14、同15、同16、同17、同18、同19、同20、同21、同22、同23、同24、同25、同26、同27、同28、同29、同30、同31、同32、同33、同34、同35、同36、同37、同38、同39、同40、同41、同42、同43、同44、同45、同46、同47、同48、同49、同50、同51、同52、同53、同54、同55、同56、同57、同58、同59、同60、同61、同62、同63、同64、同65、同66、同67、同68、同69、同70、同71、同72、同73、同74、同75、同76、同77、同78、同79、同80、同81、同82、同83、同84、同85、同86、同87、同88、同89、同90、同91、同92、同93、同94、同95、同96、同97、同98、同99、同100、同101、同102、同103、同104、同105、同106、同107、同108、同109、同110、同111、同112、同113、同114、同115、同116、同117、同118、同119、同120、同121、同122、同123、同124、同125、同126、同127、同128、同129、同130、同131、同132、同133、同134、同135、同136、同137、同138、同139、同140、同141、同142、同143、同144、同145、同146、同147、同148、同149、同150、同151、同152、同153、同154、同155、同156、同157、同158、同159、同160、同161、同162、同163、同164、同165、同166、同167、同168、同169、同170、同171、同172、同173、同174、同175、同176、同177、同178、同179、同180、同181、同182、同183、同184、同185、同186、同187、同188、同189、同190、同191、同192、同193、同194、同195、同196、同197、同198、同199、同200、同201、同202、同203、同204、同205、同206、同207、同208、同209、同210、同211、同212、同213、同214、同215、同216、同217、同218、同219、同220、同221、同222、同223、同224、同225、同226、同227、同228、同229、同230、同231、同232、同233、同234、同235、同236、同237、同238、同239、同240、同241、同242、同243、同244、同245、同246、同247、同248、同249、同250、同251、同252、同253、同254、同255、同256、同257、同258、同259、同260、同261、同262、同263、同264、同265、同266、同267、同268、同269、同270、同271、同272、同273、同274、同275、同276、同277、同278、同279、同280、同281、同282、同283、同284、同285、同286、同287、同288、同289、同290、同291、同292、同293、同294、同295、同296、同297、同298、同299、同300、同301、同302、同303、同304、同305、同306、同307、同308、同309、同310、同311、同312、同313、同314、同315、同316、同317、同318、同319、同320、同321、同322、同323、同324、同325、同326、同327、同328、同329、同330、同331、同332、同333、同334、同335、同336、同337、同338、同339、同340、同341、同342、同343、同344、同345、同346、同347、同348、同349、同350、同351、同352、同353、同354、同355、同356、同357、同358、同359、同360、同361、同362、同363、同364、同365、同366、同367、同368、同369、同370、同371、同372、同373、同374、同375、同376、同377、同378、同379、同380、同381、同382、同383、同384、同385、同386、同387、同388、同389、同390、同391、同392、同393、同394、同395、同396、同397、同398、同399、同400、同401、同402、同403、同404、同405、同406、同407、同408、同409、同410、同411、同412、同413、同414、同415、同416、同417、同418、同419、同420、同421、同422、同423、同424、同425、同426、同427、同428、同429、同430、同431、同432、同433、同434、同435、同436、同437、同438、同439、同440、同441、同442、同443、同444、同445、同446、同447、同448、同449、同450、同451、同452、同453、同454、同455、同456、同457、同458、同459、同460、同461、同462、同463、同464、同465、同466、同467、同468、同469、同470、同471、同472、同473、同474、同475、同476、同477、同478、同479、同480、同481、同482、同483、同484、同485、同486、同487、同488、同489、同490、同491、同492、同493、同494、同495、同496、同497、同498、同499、同500、同501、同502、同503、同504、同505、同506、同507、同508、同509、同510、同511、同512、同513、同514、同515、同516、同517、同518、同519、同520、同521、同522、同523、同524、同525、同526、同527、同528、同529、同530、同531、同532、同533、同534、同535、同536、同537、同538、同539、同540、同541、同542、同543、同544、同545、同546、同547、同548、同549、同550、同551、同552、同553、同554、同555、同556、同557、同558、同559、同560、同561、同562、同563、同564、同565、同566、同567、同568、同569、同570、同571、同572、同573、同574、同575、同576、同577、同578、同579、同580、同581、同582、同583、同584、同585、同586、同587、同588、同589、同590、同591、同592、同593、同594、同595、同596、同597、同598、同599、同600、同601、同602、同603、同604、同605、同606、同607、同608、同609、同610、同611、同612、同613、同614、同615、同616、同617、同618、同619、同620、同621、同622、同623、同624、同625、同626、同627、同628、同629、同630、同631、同632、同633、同634、同635、同636、同637、同638、同639、同640、同641、同642、同643、同644、同645、同646、同647、同648、同649、同650、同651、同652、同653、同654、同655、同656、同657、同658、同659、同660、同661、同662、同663、同664、同665、同666、同667、同668、同669、同670、同671、同672、同673、同674、同675、同676、同677、同678、同679、同680、同681、同682、同683、同684、同685、同686、同687、同688、同689、同690、同691、同692、同693、同694、同695、同696、同697、同698、同699、同700、同701、同702、同703、同704、同705、同706、同707、同708、同709、同710、同711、同712、同713、同714、同715、同716、同717、同718、同719、同720、同721、同722、同723、同724、同725、同726、同727、同728、同729、同730、同731、同732、同733、同734、同735、同736、同737、同738、同739、同740、同741、同742、同743、同744、同745、同746、同747、同748、同749、同750、同751、同752、同753、同754、同755、同756、同757、同758、同759、同760、同761、同762、同763、同764、同765、同766、同767、同768、同769、同770、同771、同772、同773、同774、同775、同776、同777、同778、同779、同780、同781、同782、同783、同784、同785、同786、同787、同788、同789、同790、同791、同792、同793、同794、同795、同796、同797、同798、同799、同800、同801、同802、同803、同804、同805、同806、同807、同808、同809、同810、同811、同812、同813、同814、同815、同816、同817、同818、同819、同820、同821、同822、同823、同824、同825、同826

(5)

特開平11-171981

7

8

の熱時硬度をバーコール硬度計を用いて測定した。この数値が大きいほど硬化性が高いことを示す。

【0022】2. スパイラルフロー

EMMI-1-66に準じたスパイラルフロー測定用金型を用いて、金型温度175℃、注入圧7.0 kg/cm<sup>2</sup>、硬化時間2分て測定する。スパイラルフロー (cm) は流動性のパラメーターであり、数値の大きい方が流動性が良いことを示す。

【0023】3. フロー残存率

成形材料を調製した直後のスパイラルフロー、および40℃、3日間保存した後のスパイラルフローを測定し、材料調製直後のスパイラルフロー (cm) に対する、保存後のスパイラルフロー (cm) の百分率を算出した。フロー残存率が大きいほど保存性が良いことを示す。

【0024】(実施例1) 多官能エポキシ樹脂である、日本化薬製オルソクレゾールノボラックエポキシ樹脂 (ECON102065) 67重量部 (以下、単に部と略す) に、軟化点が105℃で水酸基当量104のフェノールノボラック33部、微砕状溶融シリカ300部、カルナバワックス2部、式(4)で表される化合物A 20部を配合し、熱ロールで90℃、5分間混練して \*

\* 成形材料を調製した。

【0025】(実施例2) 多官能エポキシ当量が260の日本インキ製ジクロペンタジエン型エポキシ樹脂 (HP-7200) 71部に、軟化点が105℃で水酸基当量104のフェノールノボラック29部、球状溶融シリカ500部、カルナバワックス2部、式(5)で表される化合物B2部を配合し、熱ロールで90℃、5分間混練して成形材料を調製した。

【0026】(実施例3) 2官能の油化シェルエポキシ製ビフェニル型エポキシ樹脂 (YX4000H) 52部、三井東圧化学製アラルキル変性フェノール樹脂 (XL225-3L) 48部、球状溶融シリカ800部、カルナバワックス2部、式(6)で表される化合物C2.8部を配合し、熱ロールで90℃、5分間混練して成形材料を調製した。

【0027】(実施例4～8、比較例1～4) 表1に示した配合により、実施例1～3と同様に操作して、それぞれ成形材料を調製した。評価結果は、実施例1～3と併せて表1にまとめて示した。

【0028】

【表1】

表1 (表の数値は重量部を表す)

	実 施 例								比 較 例			
	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4
ECON102065 <sup>1)</sup>	67			67					67			
HP-7200 <sup>2)</sup>		71			71		71				71	
YX4000H <sup>3)</sup>			52			52		52		52		52
フェノールノボラック樹脂 <sup>4)</sup>	33	29		33	29		29		33		29	
XL225-3L <sup>5)</sup>			48			48		48		48		48
球状溶融シリカ	300			300				300				
微砕状溶融シリカ		500	800		500	800	800	800		800	500	800
カルナバワックス	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
化合物A 式(4)	20											
化合物B 式(5)		2										
化合物C 式(6)			2.8									
化合物D 式(7)				3								
化合物E 式(8)					2.2							
化合物F 式(9)						3						
化合物G 式(10)							3.5					
化合物H 式(11)								2.8				
化合物I 式(12)									3.1			
化合物J 式(13)										3		
化合物K 式(14)											1	
化合物L 式(15)												2
バーコール硬度	84	81	78	85	85	80	82	77	68	84	81	80
スパイラルフロー (cm)	82	73	90	81	75	92	78	88	87	83	79	88
40℃、3日間保存後フロー (cm)	78	68	77	75	70	80	70	86	62	58	44	60
フロー残存率 (%)	95	80	86	88	88	87	90	91	71	45	56	68

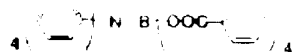
1) 日本化薬製オルソクレゾールノボラックエポキシ樹脂

2) 日本インキ製ジクロペンタジエン型エポキシ樹脂

3) 油化シェルエポキシ樹脂ビフェニル型エポキシ樹脂

4) 軟化点が105℃で水酸基当量104のフェノールノボラック樹脂

5) 三井東圧化学製アラルキル変性フェノール樹脂

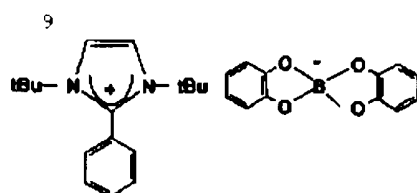


化合物A

(6)

特開平11-171981

10

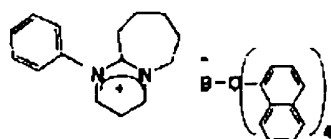


式 (5)

化合物 8

【0031】

\* \* 【化6】



式 (6)

化合物 C

【0032】

※ ※ 【化7】

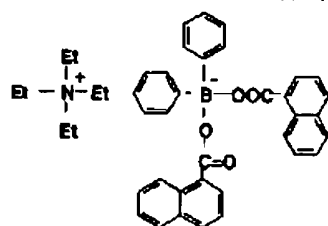
N-エチル-1, 8-ジアザビシクロ【5. 4. 0】  
ウンデセニウムをカチオン、アニオン側がホウ素と  
ビスフェノールAがモル比1:2で各々のビスフェノ  
ールAの水酸基に由来する酸素とホウ素がすべて結合  
しているボレートであるオニウムボレート

式 (7)

化合物 D

【0033】

★ ★ 【化8】

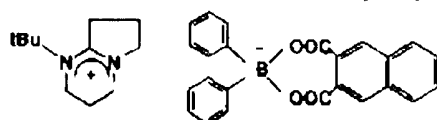


式 (8)

化合物 E

【0034】

☆ ☆ 【化9】

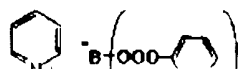


式 (9)

化合物 F

【0035】

◆ ◆ 【化10】



式 (10)

【0036】

【化11】

12



化合物 H

\* \* 【化12】



化合物 1

※ ※ 【化】 3】



化合物」

★ ★ 【化14】



化合物 K

☆ ☆ 【化15】



化合物 L

板上でゲルタイムを測定する。プリプレクの調製直後、および40℃±3.5%RHで7日間保存した後のゲルタイムを測定し、調製直後のゲルタイム(秒)に対する、保存後のゲルタイム(秒)の百分率を算出した。ゲルタイム残存率の値が大きいほど、保存性が良いことを示す。

[illegible][illegible]

(8)

特開平11-171981

13

14

のステンレス板に挟んで 170℃ 40kg/cm<sup>2</sup> で50分間プレスし、厚さ1.6mmの両面銅張り積層板を得た。

【0045】（実施例10 比較例5～7）表2に示した配合により、実施例9と同様に操作して、それぞれ両\*

\*面銅張り積層板を調製した。評価結果は、実施例9の結果と併せて表2にまとめて示した。

【0046】

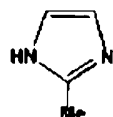
【表2】

表2（表の数字は溶剤を除いた固形分量重量部）

	実 施 例		比 較 例		
	9	10	5	6	7
エポキシ含量92.5のビスフェノールA型エポキシ樹脂	50	50	50	50	50
エポキシ含量47.6のビスフェノールA型エポキシ樹脂	50	50	50	50	50
ジアミノジフェニルメタン	3	3	3	3	3
ジシアンジアミド	0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
化合物B 式(5)	2.8				
化合物H 式(11)		3			
化合物M 式(16)			0.1		
化合物I 式(12)				3	
化合物N 式(17)					2
ガラス転移温度(℃)	146	158	125	105	106
ゲルタイム残存率(%)	93	94	57	82	77

【0047】

※ ※ 【化16】

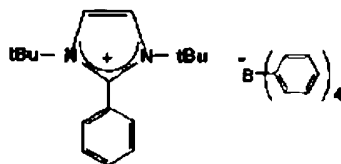


化合物 M

式(16)

【0048】

★ ★ 【化17】



化合物 N

式(17)

【0049】表1および表2の結果から明らかなように、成形材料の短時間成形におけるハークール硬度（表1）およびブリブレッグの短時間の積層成形におけるガラス転移温度（表2）は、いずれも実施例の方が全般に優れた値を示しており、本発明による樹脂組成物の硬化性が高いことが分かる。また、保存後のフロー残存率（表1）、およびゲルタイム残存率（表2）も、いずれも実施例の方が高く、保存性についても本発明による樹脂組成物の方が優れており、潜伏性触媒としてのオニウ☆40

☆ムボレートの効果も明白である。

【0050】

【発明の効果】本発明の樹脂組成物は、硬化性に優れていて、短時間の成形でも十分に硬化させることができ、また、常温付近での保存安定性にも優れ、電気、電子材料用として好適に使用でき、硬化性と保存性の良好な製品が得られ、電気、電子産業分野へのメリットは大きい。

発明者 小川 正 氏

東京都品川区中品川2丁目5番5号 住友  
化学工業株式会社内

発明者 小川 正 氏

東京都品川区中品川2丁目5番5号 住友  
化学工業株式会社内